

# Atomabszorpciós spektroszkópia az élelmiszer-analitikában

KARL MALY\*

Az atomabszorpciós spektroszkópia (a továbbiakban AAS) a fémek és a nem fémek elemek nyomainak vizsgálatára szolgáló egyik legteljesítőképesebb eljárás. Ezzel a módszerrel összesen mintegy 70 kémiai elem határozható meg.

Súlyos gondot jelent, hogy az emberi tevékenység tartósan nehézfémeket juttat környezetünkbe. A természetben nincs lehetőség lebontásukra, így legfeljebb arra törekedhetünk, hogy ezeket nehezen oldódó vegyületekként rögzítve a talajba süllyesszük, beföldeljük. Így nehezítjük meg, hogy akár csekély mennyiségben is a táplálkozási láncba jussanak. A legtöbb mérgező nehézfém viszonylag kis forrponotú. Ilyen a higany, a kadmium, az ólom, az arzén és a tallium. Ha az anyagok ezeket tartalmazzák, akkor nagyobb hőmérsékletű folyamatok során – mint amilyen az ásványi energiahordozók-, a szemét-, a gépkocsik elgázosított hajtóanyagainak égetése, az ércelőkészítési pörkölés és számos egyéb műszaki folyamat – szükségképpen szabadabbá válnak. Mivel ekkor csak finom eloszlásban keletkeznek és a gáz égéstermékek tisztítási feltételei mellett is csak részben foghatók fel, szabadabbá válnak a környezetbe szóródnak (1).

Nehézfémek kerülnek az élelmiszerekbe és az élelmiszer-nyersanyagokba

- a termesztés időszaka alatt a talajból, a vízből és a levegőből,
- nehézfém-tartalmú rovarölő – (Cu) és csávázószerek (Hg) révén,
- takarmányokból történő felvétellel,
- a termelés és tárolás során bekövetkező szennyeződés (gépkopás, por) által,
- az élelmiszer-kereskedelemben,
- a csomagolóanyagokból (Sn) és kerámiaedényekből (Pb, Cd).

Az élelmiszer-ellenőrzés széles körű feladatkörének megfelelően egyrészt a minták száma nagy, másrészt viszonylag sok kémiai elemet kell vizsgálni és ugyanakkor kifejezetten a nyomelemek körében többnyire a ng/g (ppb) –  $\mu\text{g/g}$  (ppm) tartomány jön számításba.

Az elemzési adatok értékelésekor figyelembe kell venni azt a körülményt, hogy egyes fémek csekély mennyiségben esszenciális nyomelemek, de nagyobb adagban mérgező hatásúak. Például a szelén szükséges adagja napi 60–120  $\mu\text{g}$ -ot tesz ki és ugyanakkor mérgező adagjának terjedelme 2400–3000  $\mu\text{g}$  között becsülhető (2).

Az élelmiszerek nehézfém-tartalmának mérgező hatása jelentősen függ a fém kötésének módjától. A szerves vegyületben kötött fémek mérgező hatása nagyságrendben nagyobb a szervesen kötött kötöttekénél. A AAS a különböző kötési módok között elvileg nem tud különbséget tenni. Sok esetben azonban a minta-előkészítési eljárás alapján különbség tehető. Így lehet például a szerves és a szervesen

\* Dipl. – Ing. Dr. Karl Maly (HBLVA für Chem. Industrie, A – 1170 Wien, Rosensteing. 79) közleménye „Atomabsorptionsspektroskopie in der Analytik” címmel a „Lebensmittel- und Biotechnologie” nevű osztrák szakfolyóirat 1988/1. számában jelent meg, melyet Szarvas Tibor fordításában a kiadó engedélyével teszünk közzé.

higanyvegyületek között az alkalmazott feltárási művelet révén különbséget tenni.

A különböző kötésben levő, csekély koncentrációjú komplex és eltérő szerkezetű nehézfémek meghatározása nehezen kezelhető, de – amint a következő végrehajtási eljárás mutatja – korszerű elemzési módszerrel megoldható feladatnak tekinthető.

### Minta-előkészítés

Az AAS-i elemzéshez az élelmiszermintát előbb mérésre megfelelő alakba kell hozni, vagyis a legtöbb meghatározáshoz oldatba kell vinni szuszpendált szilárd részecskék nélkül úgy, hogy ne legyen túlzottan viszkózus és összes sótartalma se legyen jelentős.

Viszonylag gond nélkül végrehajtható az ivóvíz, az ásványvíz, a gyümölcslevek és az alkoholos italok mintaelőkészítése. Az ivóvíz közvetlenül vizsgálatra kerülhet, az ásványvizek oldott szénsavtartalmát el kell távolítani, a gyümölcslevek szuszpendált szilárd anyagait centrifugálással kell leválasztani. Az alkoholos italok vizsgálatok a mintával azonos alkoholtartalmú standarddal szemben kell mérni a fémkoncentrációt. A szénsavtartalmú italok (sör, pezsgő) oldott szénsavtartalmát az elemzés előtt ugyancsak el kell távolítani. A nagy viszkozitású italokat (likőrök) elemzés előtt fel kell hígítani.

A különböző eredetű biológiai minták elemzésekor a fő nehézséget a fémek kötésének eltérő módja okozza a sokféle szerves szerkezetben. Az élelmiszerek nehézfém-nyomainak vizsgálatok a legtöbb esetben előzetesen a szerkezetből, ill. a meghatározandó részletből el kell választani azokat. Erre a célra két eljárást választottunk:

- az extrakciót és
- a szerkezet roncsolását száraz vagy nedves hamvasztással.

Az extrakciós eljárás alkalmazásakor ügyelni kell arra, hogy szerkezetenként és elemenként igen eltérő extrakciót kell alkalmaznunk.

Gyakran dolgoznak komplexképzővel (pl. ammónium – pirrolidin – dithio-karbonát – APDC-vel) és valamely szerves oldószerrel (pl. metil – izobutilketon – MIBK-val). A nehézfémkomplexet az extrakció során a szerves fázisba viszik és az AAS-hoz abból kivonják. Egyes esetekben szükségtelen komplexképző alkalmazása. Így ételszírok nikkelyomainak – a zsírkeményítés katalizátorának – extrakciója esetén a meghatározáshoz 10%-os salétromsavat használunk széntetraklorid jelenlétében (3).

Gyümölcs és zöldség, hal- és húskészítmények esetén elemzés előtt általában száraz vagy nedves hamvasztást alkalmazunk.

A száraz hamvasztást mindig a nehezen illó fémek meghatározásakor választjuk. Ilyenkor a szárított és egyneműsített mintát általában 4000 °C körüli hőmérsékleten, tokos kemencében hamvasztjuk el. A hamut ásványi savval vesszük fel és visszzük elemzésre.

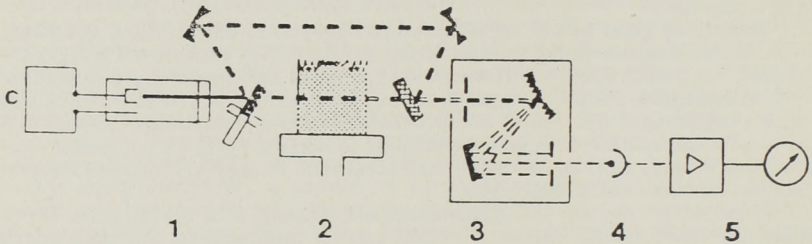
Nehezebb a minta-előkészítés könnyen illó, mérgező nehézfémek meghatározásakor, ha az élelmiszerben higany-, arzén-, kadmium- vagy ólomszennyezés várható. A minta-előkészítési veszteségek veszélye miatt a nedves hamvasztást kell előnyben részesíteni. Ha a hamvasztás nyitott edényben történik, akkor azt célszerűen nagyobb forrpontú feltárási savval (kénsavval) végezzük, jóval forrpontja alatti hőmérsékleten. A feltárási edény megfelelően kiképzett alakja révén a veszteségeket elhanyagolható mértékig csökkenteni lehet.

Különösen beváltak a nedves hamvasztáshoz a teflon-autoklávok, amelyekben a mintát 180 °C-t meg nem haladó hőmérsékleten, lényegesen rövidebb idő alatt teljesen és veszteségmentesen feltáráshoz (4).

## A mérés elve

Az alapállapotban levő atomok alkalmasak arra, hogy a fényt igen szűk hullámhossz (rezgés)-tartományban abszorbeálják. Ez a hullámhossz az ún. rezonanciaregés jellemző az elemre és a fénygyengülés mértéke arányos a koncentrációval.

Az AAS-ás meghatározáskor az atomos állapotú mintát és atomfelhőt a meghatározni kívánt egyes kémiai elemekre jellemző fénnel világítjuk át. Az extinkció a Lambert – Beer törvénynek megfelelően arányos a koncentrációval. Az atomabszorpciós spektrométer a következő részekből áll: fényforrásból, atomos állapotot létrehozó felszerelésből, porlasztóból, erősítőből, mérőműszerből és különböző kiegészítő készülékből.



1. ábra. Az atomabszorpciós spektrofotométer vázlatos felépítése  
1. fényforrás, 2. lámpa, 3. monokromátor, 4. érzékelő, 5. erősítő, elektronika és mérőműszer.

Az AAS-készülék fénysugarának útját az 1. ábra mutatja.

A fényforrás (vájtkatódlámpa vagy elektródnélküli kisülési cső) a kérdéses elem színeképét sugározza. A láng, ill. a grafitcső atomos állapotot létrehozó sávjában a kérdéses elem koncentrációjának megfelelően a rezonanciavonal abszorbeálódik. Mivel a fény színképi felbontásával a monokromátorban a kilépési rés által a rezonanciavonalon kívül, az összes többi vonal kirekesztődik, így az érzékelő csak a rezonanciavonalat fogadja, amelynek gyengülését a mérőre juttatja.

## Fényforrások

A vájtkatódlámpa olyan zárt üveghenger, amely néhány torr nyomású nemes gázzal töltött és amelybe katódot és anódot forrasztottak. A katód vájthenger alakú és/vagy a kérdéses elemből készült vagy azzal töltött. Ha az anódra és a katódra feszültséget kapcsolunk, akkor a töltőgáz ionizálódik, a gázionok a katódból fématomokat ütnek ki, amelyek a mindenkori vizsgálandó elem emissziós színeképét sugározzák. Az emissziós spektrum létrehozása leírt működésének feltétele, hogy a vájtkatódlámpák alapvetően jó minőségben készüljenek. Az utóbbi években valóban sikerült igen jó teljesítőképességű vájtkatódlámpákat előállítani, amelyek élettartama sok száz üzemórát tesz ki.

Az AAS számos használója hátrányosnak találta, hogy minden egyes kémiai elem saját fényforrást igényel. Ennek megfelelően már régóta törekszenek arra, hogy több elem vizsgálatához alkalmas lámpákat állítsanak elő, amelyek katódja több elem ötvözetéből készült. A négy- vagy többelemes lámpák esetén kedvezőtlen jel/zaj viszonyokkal és rövidebb élettartammal kell számolnunk, s ezenkívül a lámpaszínekép vonalgazdagsága interferencia veszélyét is jelentheti.

A többemeles lámpákon segíthet, hogy a vizsgálati időt rövidíteni lehet (a lámpák cseréje és a felmelegítési idő elmarad) és előnyt jelent, hogy a hagyományos készülékeken egyidejűleg több elem vizsgálata nem végezhető el (ami csupán két- vagy többcsatornával ellátott készülékeken lehetséges).

Az elektródnélküli kisülési csövek nagyságrendileg nagyobb erősségű sugárzást nyújtanak, ami ugyan az elemzési eljárás érzékenységét közvetlenül nem befolyásolja (ugyanis az csak a mérő- és referenciasugárzás közötti intenzitás összehasonlítására vezethető vissza), de egyes elemek esetén, amelyek rezonanciavonalai az ultraibolya-tartományba, vagy annak közelébe esnek (pl. az arzén és a szelén) előnyösen alkalmazhatók megjavítva a jel/zaj viszonyt. Előnyösek ezek a csövek kisebb hőmérsékleten olvadó fémek esetében is, amelyeknél a vajt katódlámpák előállítására nehézséget jelent (pl. higany, ólom, kadmium...). Az elektród nélküli kisülési csövek üzemeltetéséhez természetesen kiegészítő felszerelésként nagyfrekvenciás generátor szükséges.

### Porlasztók

A fényforrásból kilépő emissziószinképet a porlasztón keresztül vezetik, amelyben a hődisszociáció által előállított atomok a belépő fény egy részét abszorbeálják. Kétségtelenül az elemzési művelet legnehezebb és legkritikusabb folyamata a minta atomos állapotba való vitele. Az elemzés sikere vagy sikertelensége gyakorlatilag a porlasztás hatékonyságától függ, hiszen a meghatározás érzékenysége arányos a vizsgálni kívánt elem porlasztási mértékétől. Végül is az összes AAS-ban ismeretes kémiai interferenciák nem mások, mint a meghatározandó elem porlasztása mértékének befolyásolása.

Az AAS-láng esetén a minta anyagát aeroszol alakban viszik a lángba. Időtől független jelet állít elő, amelynek nagysága az elemzésre kerülő oldatban levő meghatározandó elem mennyiségével arányos. A levegő/acetilén láng az összes olyan elem porlasztására alkalmas, amelyek a mintában nehezen olvadó vegyületet nem képeznek; 2300 °C-tól kiváló érzékenységgel határozhatók meg a következők: mangán, vas, kobalt, nikkel, ezüst, cink, kadmium, ólom többek között. A dinitrogén-oxid/acetilén lánggal 2700 °C körüli hőmérsékletet lehet elérni. Ezáltal alkalmas ez a láng mindazon fémek elemzésére, amelyeket levegő/acetilén-lánggal nem lehet teljesen porlasztani. Ilyen elemek például: a berillium, kalcium, stroncium, bárium, titán, vanádium, króm, molibdén, volfrám, alumínium, szilícium.

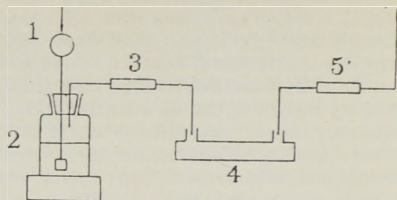
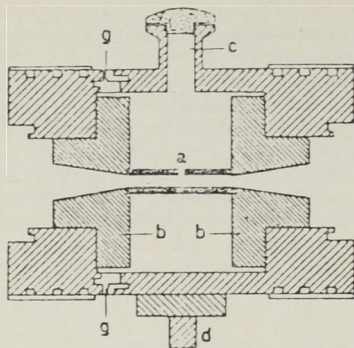
Az AAS-láng égőjeként többnyire keverőkamrák lamináris égőt használnak. A mintát tartalmazó oldat adagolási üteme 2 – 10 ml/percet tesz ki. Az AAS-láng ezáltal jóllehet nyomelemzést tesz lehetővé, de mikromódszerről nincs szó.

A keverőkamrás égő alkalmazása a mintaoldatnak csupán kerek 10%-át tudja legkisebb cseppek alakjában a lángba juttatni, s a maradék hasznosulatlanul lecsapódik. Emiatt már az AAS fejlesztése kezdetétől keresték a lehetőséget arra, hogy az atomok nagyobb mennyiségét vigyék a fény útjába, és ezáltal a kimutathatóság kedvezőbb határértékét érjék el.

Az AAS-láng más megoldásaként előállították a lángnélküli AAS-t grafitcsőedénnyel. Ez az elemzési technika már valódi mikronyomelem eljárásra ad lehetőséget és a legteljesítmőképesebb elemzési eljárásnak mondható.

A 2. ábra a Massmann-féle grafitcsőedény vázlatos felépítését mutatja.

A kis grafitcsőbe az adagolónyíláson át 10 – 20  $\mu$ l mintát adagolunk. A csővecskét közvetlen árammenettel 3000 °C-ra hevítjük. A felhevítés üteme, tartama és hőmérséklete vezérlő készülékkel beállítható és a mindenkori mintához illeszthető. A legtöbb fém esetén az érzékenységet 10 – 100-szorosra lehet növelni a porlasztóedény (küvetta) szorosan elhatárolt terében az atomkoncentráció növekedése és a tartózkodási idő elhúzódnása által. Természetesen az elemzés pontosságát és



2. ábra. A Massmann-féle argonkamra grafitéddényvel lángnélküli atomabszorpciós elemzéshez: a) grafitcső, b) acélkörlemez, c) nyílás a minta beadásához, d) felerősítő, e) műanyag szigetelőanyag.

3. ábra. A higany-meghatározásra szolgáló berendezés vázlata:

1. inertgáz tartálya, 2. redukáló edény, 3. szabító cső, 4. hosszú csőedény, 5. abszorpciós cső.

reprodukálhatóságát befolyásoló jelentős zavaró tényezők gyakran bekövetkeznek. Hőtechnikai úton réteggel bevont grafitcsövek, tantálfóliával ellátott grafitcsövek (Lvov-kemence), különféle kiegészítő felszerelések és még számos technikai szerkeztváltoztatás a legtöbb esetben segítséget tudnak nyújtani.

A higanyelemzés AAS-ás érzéketlensége szükségessé teszi különleges porlasztó felszerelés alkalmazását. A higanytartalmú mintaoldatban levő ionizált higanyt redukáló anyaggal (többnyire nátrium-bórhidriddel) elemi állapotúra redukáljuk. Az AAS ezzel a változtatással – az ún. hideggőz-technikával –, már szobahőmérsékleten atomos állapotba kerül a higany, ez a tulajdonság felhasználható. A szabaddá tett higanyt inert gázzal a mintaoldatból kiűzzük és hosszabb méretű csőedénybe vezetjük át az AAS-készülék fénysugarát.

A 3. ábra mutatja be a higany-meghatározás elrendezésének elvi rajzát a hideg gőzeljárás alkalmazásakor.

A rendkívüli mértékben bekövetkező érzékenységnövekedés abból a tényből következik, hogy a mintaoldat teljes higany mennyisége meghatározott ideig a készülék fénysugarának útjába esik és ezáltal a higanyatomra jellemző fény maximális gyengülése következik be.

A porlasztás további megoldását az AAS-hidrid-technika adja. A periódusos rendszer IV., V. és VI. főcsoportjába tartozó néhány elemnek azt a tulajdonságát használja ki ez az eljárás, hogy azok illó hidrideket képeznek. Ezeket az elemeket nátrium-bórhidrid adagolással hidriddé alakítják, a mintaoldatból inertgázzal kiűzik a hidridet és a hideggőz technikával egyező módon hosszú csőedényen vezetik át a fényt.

A higany meghatározásától eltérve azonban a hidrid meghatározásnál a csőedényt hevíteni kell (árammal vagy levegő/acetilén lánggal). A hidridek elbomlanak és a képződő atomok az elemnek megfelelő fény gyöngülését szolgáltatják. A hidridek illóvá tételének előnye abból adódik, hogy elválasztjuk azokat a többi elemtől, a feldúsulás miatt és mivel a többi elem befolyása messzemenően kiküszöbölhető, az elemzés érzékenysége jelentősen növelhető. Az élelmiszeraanalítika fontos, ellenőrzésre számításba jövő elemei, így az arzén, a szelén, és az ón stb. meghatározása csak a hidrideljárással lehetséges megfelelő érzékenységgel.

Az AAS-ban számításba jövő szinképtartomány a közeli infravörös-tartománytól a vákuum ultraibolya-tartományig terjed (a cézium 852,1 nm-es rezonancia-vonalától az arzén 193,7 nm rezonancia-vonaláig). Ezáltal az AAS túllépi esetleg az ibolyántúli (láthatóspektroszkópia) vagy az emissziós szinképelemzés azonos tartományait. Következésképpen bevált optikai rendszerhez kell folyamodnunk.

Az AAS-készülékek igen széles terjedelmű hullámhossz-tartománya miatt gyakorlatilag kizárólag a rácsmonokromátorok használatosak.

A régebbi készülékek „UV-vaksága” bizonyos nehézséget jelentett néhány üzemelési év után, ami egyes elemek meghatározását megnehezítette, amelyek rezonancia-vonalai a vákuum-UV-tartomány közelében vannak.

A korszerű készülékek, amelyekbe tisztítást bíró nagy teljesítményű tükröoptikát építettek be, ezt a nehézséget messzemenően megoldották.

Az AAS-készülék optikai rendszerében jelentős feladatot lát el az ún. váltó (Chopper), forgó blende fényáteresztő és tükröző részekkel. A Chopper nemcsak fényelosztó szerepet tölt be (a mérő- és a referenciafénysugár képzését), de hatására az érzékelőre belépő fény meghatározott időközönként megszakad (modulált). Az erősítő ezt a moduláltan előforduló fénygyakoriságot leképezi és erősíti, tehát csak a modulált fényt. Ezáltal a láng vagy a tűzforró grafitcső folytonos sugárzása következtében várható zavaró jelenség kiküszöbölődik.

### Érzékelő, erősítő, mérő felszerelések

Az AAS-készülékben a szekunder elektronsokszorozó (SEV) szolgál a fényjel elektromos jellé történő átalakítására. A SEV-et elhagyó fotonáramot szelektív erősítő segítségével növelik, amelyet a Chopper modulált fénygyakorisága hangol egybe. A kétfényutas elektronikát úgy szerkesztették, hogy a két sugárút arányát képezze. Az összehasonlító sugár adja a számlálót, a mérő sugár a nevezőt. Mivel mindkét fénysugár azonos fényforrásból jön, azonos monokromátoron halad át, azonos érzékelő fogja és azonos elektronika erősíti fel, a fényemisszió bekövetkező változása ezáltal kiküszöbölődik, hisz az érzékelő pontossága és erősítése azonosan hat a számlálóra és a nevezőre is. A rendszer stabilitását ezért gyakorlatilag a porlasztó/égető rész befolyásolja.

### Zavarok és a kiküszöbölő rendszabályok

Mint hogy AAS, mint az összes spektroszkópiai eljárás relatív módszer, a mennyiségi elemzés csak a standardoddattal összehasonlítva lehetséges.

A mintaoldat a porlasztóban másként viselkedik mint a standard és ha ezt nem ismerjük fel és nem vesszük figyelembe, akkor hibás mérés következik be.

Az élelmiszeranalízis során a fizikai és kémiai interferencia, az ionizációs interferencia és a háttérabszorpció a lehetséges zavarforrások.

Fizikai interferencia alatt azokat a zavarokat értjük, amelyek a minta- és a standardoldat eltérő fizikai tulajdonságaiból következnek, s azokat esetleg a különböző viszkozitás, felületi feszültség és sűrűség eredményezi. Ezek az eltérések az AAS-láng porlasztási folyamatát befolyásolják. Ezek kiküszöbölhetők a minta hígítása, vagy a standard fizikai tulajdonságainak a mintához való illesztése által. Különösen fontos ez, ha a minta-előkészítés alkalmával szerves oldószerez dolgoztunk, mert ilyenkor standardként feltétlenül azonos oldószert kell használni és azzal kell a mérést is végeznünk.

Kémiai interferenciának nevezzük egyes vegyületképzők hatását a porlasztóberendezésben. Mivel csak az atomos alapállapot teszi lehetővé a fény mindenkor

rezonanciavonalainak abszorbeálását, a kémiai interferencia kisebb fémtartalmat mutat. Így például kénsavas feltárás esetén levegő/acetilénláng alkalmazásával kisebb kalciumtartalmat határozunk meg. Ennek oka az, hogy a szulfát hőbomlása következtében oxigéngyök keletkezik, s ezáltal a kalcium egy része, mint hőálló vegyület nem kerül alapállapotba. A következő zavarelhárítási eljárások lehetségesek a lángatomabszorpció kémiai interferencia kiküszöbölésére:

- a minta összetételét figyelembe véve alakítjuk ki a standardot,
- a zavaró anionokat lekötjük feleslegben sóként adagolt kationnal (pl. lan-tánsókat kalciummeghatározáskor szulfát vagy foszfát jelenlétében),
- a meghatározandó kationt komplexképzéssel árnyékoljuk. A kation csak a lángban válik szabaddá és így a zavaró ionnal már nem tud reagálni,
- gyakorlatilag az összes kémiai interferencia kiküszöbölhető, ha dinitrogén-oxid/acetilén láng alkalmazásával a porlasztási hőmérsékletet növeljük.

A grafitcső-edények esetén a hőálló karbidok képződése játszik kimagasló szerepet. Ha a karbidképződés a mintának a grafitcső izzó felületén való reakciójára vezethető vissza, akkor az elemzés csökkent érzékenysége nyilvánul meg többnyire azonos mértékben mind a standard, mind a minta esetében. Emellett az élelmiszer-analitikában a karbidképzés lehetősége is fennáll a mintában képződő bomlástermékek reakciója következtében, pl. a finomeloszlású szénnel a biológiai anyagok elszenesedése révén. Amíg az első zavaró jelenséget a hőtechnikai úton bevont grafitcsővel lehet kiküszöbölni, addig a biológiai anyaggal való vegyületképzés másként nem akadályozható meg, csak ha a szerves szerkezetet a minta-előkészítés során elroncsoljuk. A láng AAS-ban a porlasztási hőmérséklet emelése gyakran ionizációs interferenciát von maga után. Számos fém dinitrogén-oxid/acetilén láng használatkor többé-kevésbé erősen ionizálódik. Minthogy az ionok az AAS-méréskor nem tudják a rezonancia-vonalakat gyengíteni, az ionizációs interferencia az AAS-mérés érzékenységét csökkenti. Ha a minta- és a standardoldathoz könnyen ionizálható elemeket (cézium- vagy káliumsót), ún. ionizációs puffert adunk nagy feleslegben, akkor a vizsgálandó elem ionizációja mennyiségileg visszaszorítható.

A háttérabszorpció a meghatározandó elemre nem jellemzően bekövetkező fényvesztés, amely nagy jellel téveszt meg.

A háttérabszorpció fellépésének két oka van:

- a fényszóródás a szilárd és cseppfolyós részecskéken,
- valódi fényabszorpció a molekulák vagy gyökök által.

Az AAS-lángban említésre méltó fényszóródás okozta zavar gyakorlatilag nem következik be addig, amíg a mintaoldat összes sótartalma az 5%-ot nem haladja meg és a rezonanciavonal hullámhossza 250 nm feletti.

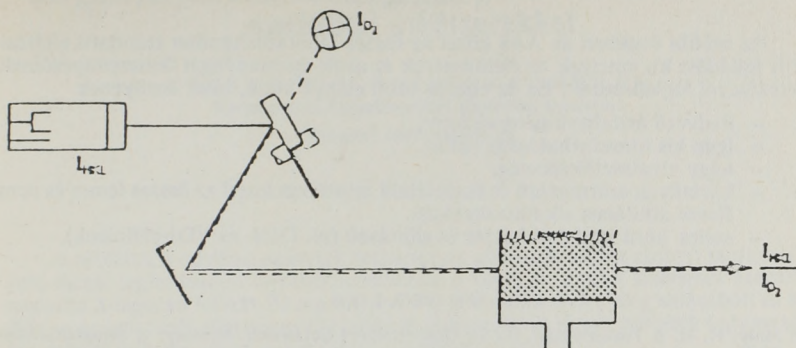
A molekulák és a gyökök következtében fellépő fényszóródás a láng hőmérsékletének emelésével többnyire megakadályozható.

Ezzel szemben e háttérabszorpció zavaró tényezőit a grafitcső-edényes láng-nélküli porlasztás esetén figyelembe kell venni. Manapság három lehetőség közül választhatunk a zavarás kiküszöbölésére:

- deutérium-háttérkompenzátor,
- Zeeman-AAS,
- Smith-Hieftje-elv (lútkető erősáramú technika) alkalmazását.

A deutérium-háttérkompenzátor vázlatos felépítését a 4. ábra mutatja be.

A vájtkatódlámpa fénye és a deuteriumlámpa fénye gyors gyakoriságban váltakozóan halad át a porlasztó berendezésen. A vájtkatódlámpa fényét az elemnek megfelelő és a háttérből származó abszorpció gyengíti, míg a deuteriumlámpa fényt csupán a háttérabszorpció gyengíti. Ha a mérés előtt a két fényugár azonos



1. ábra. Deuterium – háttérkompenzátor vázlatos felépítése:

– Körbe forgó féltükör a lángon át váltakozó fényt juttat a vájt katódlámpából ( $I_{HKL}$ ) és a deuterium lámpából ( $I_{D_2}$ )

intenzításra egyenlítődik ki, akkor a háttérsugárzás által keltett zavarás kiküszöbölődött, mivel az elektronika a két fénysugár arányát képezi.

A Zeeman – AAS abból a tényből indul ki, hogy a fénykibocsátó atomok, valamint a fény maga mint elektromágneses sugárzás erős mágneses mezővel befolyásolhatóak. A legegyszerűbb esetben a színképvonal erős mágneses térben tripletté hasad, amelynél a középső vonal ( $\pi$ -komponens) maximuma az eredeti vonal helyén jelenik meg és a két szélső ( $\delta$ ) komponensek csekély hullámhosszal eltolódnak.

A két komponens függőlegesen egymáshoz polarizálódik. Forgó polarizáló szűrővel a két komponens elválasztják és a  $\pi$  komponenssel váltakozva az elemre jellemző- és a háttérabszorpciót, a  $\delta$  komponensekkel csupán a háttérabszorpciót mérik.

A lüktető erősáramú technikával végzett háttérkompenzáció azon alapul, hogy a vájtkatódlámpa, amelyet erősáram üzemeltet. erős vonalszélesedéshez és belső jelváltásra kényszerül a belső abszorpció révén. Annál a hullámhossznál, amelynél a szokásos üzemben az emissziós maximum fellép, az erősáramú üzemben a lámpa ideális belső jelváltás esetén fényt nem boesát ki, s ezáltal csak a háttérabszorpció fénygyengülése figyelhető meg. Ha a vájtkatódlámpa ezzel szemben csekély lámpárárammal üzemel, akkor az az atomabszorpció és a háttér fénygyengülését eredményezi. Az erősáramú és a szokásos üzemben gyors váltakozásával a háttérabszorpció zavaró hatása kiküszöbölhetővé válik.

### Kiegészítő készülékek

A lángnélküli porlasztáshoz, a hidegőz- és a hidridtechnikához, valamint a háttérkompenzációhoz említett kiegészítő készülékek mellett számításha jönnek azok, amelyek az elemzés messzemenő automatizálásával nagy mintaszám egymástáni vizsgálatát teszik lehetővé és az AAS-analízis vonatkozásában a legfontosabb fejlesztést jelentik.

Automatikus mintaadagoló, program- és adattároló, képernyő és nyomdával ellátott eredménykiíró manapság lehetővé teszi messzemenően az automatizált elemzést. Ez azonban természetesen nem menti fel az elemzőt attól a feladattól, hogy az eredményt mindig újra és újra a helyességét illetően kritikus vizsgálat alá ne vesse.



## Összefoglaló

Az utóbbi években az AAS közel az összes laboratóriumban standard eljárás-ként fejlődött ki, amelyek az élelmiszerek és azok nyersanyagai fémszennyezőinek elemzésével foglalkoznak. Ez az eljárás több előnyt kínál, mint amilyenek

- kedvező ár/teljesítményviszony,
- igen kis kimutathatósági határ,
- nagy elválasztóképesség,
- bármilyen származású és összetételű mintában közel az összes fémre és nem fémre általános alkalmazhatóság,
- széles körű irodalmi háttér és előírások (pl. DIN- és VDI-előírások).

## I R O D A L O M

- (1) Maly, K. H. & Frauerwieser, G., in: Umweltreport Österreich. Kremayr & Scheriau, Wien 1986.
- (2) Pfannhauser, W.: Essentielle Spurenelemente in der Nahrung, in: Ernährung (Nutrion, Vol. 9) Nr. 9. 1985.
- (3) Price, W. J., Roos, J. T. H. & Clay, A. F.: Analyst 95, 760 (1970).
- (4) Kotz, L., Kaiser, G., Tschöpel, P., Tölg, G.: Z. Anal. Chem. 260, 207 (1972).

*Ajánlható könyvek az AAS témakörében*

Metcalfe, E.: Atomic Absorption and Emission Spectroscopy. John Wiley & Sohns Ltd., Chichester 1987.

Price W. J.: Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption. Heyden & Son Ltd., London 1979.

Welz B.: Atom-Absorptions-Spektroskopie. 2. Auflage. Verlag Chemie, Weinheim, 1975.

---

## KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

---

PITSCH, H.: Szemcsenagyság meghatározása a minőségvizsgálat során. (*Die Korngrößenbestimmung in der Qualitätsprüfung*)

Qualität und Zuverlässigkeit 32 (1987) 8, 397–389

Szemcsés tömegcikkék és aprított szilárd anyagok előállításakor a megfelelő minőségvizsgálat során, többek között, minden esetben szükséges elvégezni a szemcseméret meghatározását és jellemezni kell a szemcseméreték eloszlását. Ugyanis az aprított szilárd anyagok felhasználásakor mindig meghatározott terméktulajdonságra van szükség. Az aprítási jellemzők említett meghatározása mellett szükséges lehet pl. a szűrhetőség, a kopási tulajdonság ismerete is.

A szemcseelemzést általában a következő munkamenetben célszerű elvégezni:

- mintavétel az anyagáramból (laboratóriumi minta),
- reprezentatív mintaosztályozás,
- szemcseméreték meghatározása,
- az értékelés szemléltető ábrázolása, a szemcseeloszlás jellemzése.

Ábrák mutatják be az alkalmazható vizsgálati eszközöket.

Szarvas T. (Budapest)